

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **05-139861**

(43)Date of publication of application : **08.06.1993**

(51)Int.Cl.

C04B 38/06  
C04B 35/56  
F01N 3/02

(21)Application number : **03-297396** (71)Applicant : **IBIDEN CO LTD**

(22)Date of filing : **13.11.1991** (72)Inventor : **ITO ATSUSHI**  
**NINOMIYA TAKESHI**  
**TAKADA KOZO**

## (54) PRODUCTION OF POROUS SILICON CARBIDE SINTERED COMPACT

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for producing a porous silicon carbide sintered compact having excellent characteristics as a particulate filter for diesel engines having a desired pore diameter by precisely controlling the size of pore diameter.

CONSTITUTION: In this invention, „ type polycrystalline silicon carbide having 0.1-5„m, average grain diameter is initially mixed with powder having an average grain diameter within the range of 0.5-100„m and larger than that of the „type polycrystalline silicon carbide. The mixture is then burned at 1700-2300°C For example, „ type silicon carbide, sinterable in the solid phase with the silicon carbide and having a higher decomposition temperature than the burning temperature is used as the powder having the large average grain diameter. Crystals having a uniform size are produced by adding the powder capable of suppressing the abnormal grain growth.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.09.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 21.08.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-139861

(43)公開日 平成5年(1993)6月8日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 4 B 38/06	J	7202-4G		
35/56	1 0 1 P	7310-4G		
F 0 1 N 3/02	3 0 1 B	7910-3G		

審査請求 未請求 請求項の数5(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平3-297396

(22)出願日 平成3年(1991)11月13日

(71)出願人 000000158

イビデン株式会社  
岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72)発明者 伊藤 淳

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ  
ン 株式会社大垣北工場内

(72)発明者 二宮 健

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ  
ン 株式会社大垣北工場内

(72)発明者 高田 孝三

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデ  
ン 株式会社大垣北工場内

(74)代理人 弁理士 恩田 博宣

(54)【発明の名称】 多孔質炭化珪素焼結体の製造方法

(57)【要約】

【目的】 気孔径の大きさを精密に制御して、所望の気孔径を有するディーゼルエンジン用のパティキュレートフィルタとして優れた特性を有する多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法を提供する。

【構成】 本発明では、先ず平均粒径が0.1~5 $\mu$ mの $\beta$ 型多結晶炭化珪素に、平均粒径が0.5~100 $\mu$ mの範囲内でかつ $\beta$ 型多結晶炭化珪素の平均粒径よりも大きい粉末を混合する。そして、その混合物を1700℃~2300℃で焼成する。平均粒径が大きな粉末としては、例えば、炭化珪素と固相焼結し、前記焼成温度よりも高い分解温度を有する $\alpha$ 型炭化珪素等が用いられる。このような異常粒成長を抑制する粉末の添加により、大きさの均一な結晶が生成される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】平均粒径が0.1～5 $\mu\text{m}$ の $\beta$ 型多結晶炭化珪素に、平均粒径が0.5～100 $\mu\text{m}$ の範囲内でかつ $\beta$ 型多結晶炭化珪素の平均粒径よりも大きい粉末を混合し、その混合物を1700～2300℃の温度で焼成することにより、 $\beta$ 型多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法。

【請求項2】平均粒径が大きな前記粉末は炭化珪素と固相焼結し、前記焼成温度よりも高い分解温度を有する請求項1に記載の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

【請求項3】平均粒径が大きな前記粉末は炭化物である請求項2に記載の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

【請求項4】平均粒径が大きな前記粉末は炭化珪素と焼結せず、焼成後に炭化する物質からなる請求項1に記載の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

【請求項5】炭化珪素と焼結しない前記粉末は焼成後に燃焼させられて空隙を残す物質からなる請求項1に記載の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は各種フィルター、特にディーゼルエンジン用のパティキュレートフィルターに利用される多孔質炭化珪素焼結体の製造方法に係り、特にその気孔径を制御可能な多孔質炭化珪素焼結体の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、この種の炭化珪素焼結体としては、例えば特公平2-24785号公報に記載されたものがある。この炭化珪素焼結体は結晶子の粒径が50オングストローム以下の $\beta$ 型炭化珪素の集合体である。そして、平均粒径が0.01～1 $\mu\text{m}$ の球状の $\beta$ 型多結晶炭化珪素粉末に、平均粒径が6 $\mu\text{m}$ 以下の多結晶炭化珪素を混合し、その混合体を1750から2500℃の温度で焼成して得られたものである。

【0003】上記の多孔質焼結体は超微粒子と多結晶炭化珪素との焼結速度の差を利用して製造されている。そして、いずれか一方の粉末の配合割合が1重量部以下の場合、多孔質体を製造することができないという点が指摘されている。また、気孔径を均一にするには、 $\beta$ 型多結晶炭化珪素粉末の平均粒径は6 $\mu\text{m}$ 以下にするべきであると記載されている。

【0004】一般に、 $\beta$ 型炭化珪素を焼成する場合、 $\beta$ 型炭化珪素粉末中の特定の部位が異常粒成長を起こした後、その部分に周囲の粒子が吸収されて、粒子が急速に成長する。そして、炭化珪素の結晶粒子がすべて六角板状に形成されて、炭化珪素焼結体には平均気孔径が20～60 $\mu\text{m}$ の気孔が形成される。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、上記従来の場合には、両粉末の配合割合を変更しても、粒成長のメ

カニズムを変更することはできないため、気孔径の大きさを精密に制御して、所望の大きさを有する気孔径の多孔質炭化珪素焼結体を得ることができないという問題があった。

【0006】この発明は、炭化珪素粉末の異常粒成長を抑制する成分を添加すれば、大きさの均一な結晶が生成されることを知見し、その知見に基づいてなされたものであって、その目的は気孔径の大きさを精密に制御して、所望の気孔径を有する炭化珪素焼結体を確実に製造することが可能な多孔質炭化珪素焼結体の製造方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段及び作用】上記の目的を達成するためには、平均粒径が0.1～5 $\mu\text{m}$ の $\beta$ 型多結晶炭化珪素に、平均粒径が0.5～100 $\mu\text{m}$ の範囲内でかつ $\beta$ 型多結晶炭化珪素の平均粒径よりも大きい粉末を混合し、その混合物を1700～2300℃の温度で焼成することが必要である。

【0008】 $\beta$ 型多結晶炭化珪素粉末中に、粒径の大きな別の粉末を混合して焼結すると、図1に示すように、粒径の大きな複数の粒子P1によって区画された狭い領域E内で、 $\beta$ 型炭化珪素粒子P2の粒成長が生じる。それにより、結晶子の大きさが50オングストロームを越え、かつその大きさの均一な $\beta$ 型多孔質炭化珪素焼結体を製造できる。

【0009】そして、前記両粉末の配合量及び粒径を適宜に設定することにより、1 $\mu\text{m}$ ～60 $\mu\text{m}$ の範囲内にて所望の気孔径を有する焼結体を製造できる。焼結材料として使用される $\beta$ 型多結晶炭化珪素の平均粒径は、0.1～5 $\mu\text{m}$ の範囲内にいることが必要である。その理由は、平均粒径が0.1 $\mu\text{m}$ 未満であると、成形体中での単一粒子状の分散が困難になり、5 $\mu\text{m}$ を越えると、 $\beta$ 型炭化珪素の結晶成長が起こり難いためである。

前記多結晶質炭化珪素の粉末に混合される粉末は、その平均粒径が0.5～100 $\mu\text{m}$ の範囲内でかつ $\beta$ 型多結晶炭化珪素のそれよりも大きい粉末であることが必要である。混合される粉末の平均粒径が0.5 $\mu\text{m}$ 未満の場合には、結晶成長の区画が形成されなくなって好ましくなく、100 $\mu\text{m}$ を越える場合には、焼結体結合力が弱くなって好ましくない。また、前記の混合される粉末の平均粒径が多結晶炭化珪素の平均粒径よりも小さい場合には、前記領域Eを区画形成することができない。

【0010】焼成温度は1700～2300℃の範囲内であることが必要である。1700℃未満の場合には、炭化珪素の焼結が進行せず、2300℃を越えると、炭化珪素が溶融するためである。

【0011】平均粒径が大きな前記粉末は炭化珪素と固相焼結し、前記焼成温度よりも高い分解温度を有することが望ましい。その理由は、焼成時に固体状態が維持されない、前記領域Eを保持できなくなるからである。

従って、平均粒径が大きな前記粉末は、 $\alpha$ 型炭化珪素、炭化チタン、炭化タリウム、炭化タングステン、炭化亜鉛、炭化バナジウムなどの炭化物であることが好ましい。

【0012】一方、平均粒径が大きな前記粉末は炭化珪素と焼結せず、焼成後に炭化する物質であっても良い。その理由は、焼結が生じないのであれば $\beta$ 型炭化珪素の粒成長には影響が及ぶことがなく、焼成後に酸化雰囲気中で分解除去することができるからである。その一例としては、エポキシ樹脂が挙げられる。

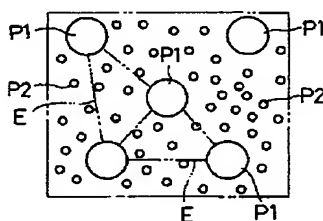
【0013】炭化珪素と焼結しない前記粉末は、焼成後に燃焼させられて空隙を残す物質であっても良い。その理由は、焼結が生じないのであれば $\beta$ 型炭化珪素の粒成長には影響が及ぶことがなく、焼成後に燃焼させて除去することができるからである。その例としては、無定型炭素、黒鉛粒子等が挙げられる。

【0014】

【実施例】以下、この発明を具体化した実施例1及び実施例2について説明する。

【実施例1】平均粒径0.3 $\mu$ mの $\beta$ 型多結晶炭化珪素粉末70重量部に、平均粒径8 $\mu$ mの $\alpha$ 型炭化珪素粉末30重量部及び、セルロース系バインダー20重量部を配合し、その配合物を混練した後、押し出し成形によって、厚さ1mmのシート状成形物を得た。この成形物の脱脂を行った後、アルゴン雰囲気下、2080℃で1時間焼成して、多孔質炭化珪素焼結体を得た。この焼結体\*

【図1】



\*の気孔径を水銀ポロシメータで測定したところ、図2に示すように15 $\mu$ mに気孔径分布中心が存在し、その分布中心のプラスマイナス2 $\mu$ mの範囲内に気孔の95%が存在して、分布状態はきわめてシャープであった。

【実施例2】前記実施例1における $\alpha$ 型炭化珪素粉末に代えて、平均粒径15 $\mu$ mの球状エポキシ樹脂（商品名エポスター、日本触媒化学株式会社製）を22重量部配合し、実施例1と同様の方法で焼結させた。この焼結体を酸化雰囲気下、600℃で1時間で加熱して、エポキシ樹脂を分解消失させた。その後、焼結体の気孔径を水銀ポロシメータで測定したところ、図3に示すように10 $\mu$ mに気孔径分布中心が存在し、その分布中心のプラスマイナス3 $\mu$ mの範囲内に気孔の95%が存在して、分布状態はきわめてシャープであった。

【0015】

【発明の効果】以上詳述したようにこの発明は、所望の気孔径を有する多孔質炭化珪素焼結体を確実に製造することができるという優れた効果を発揮する。

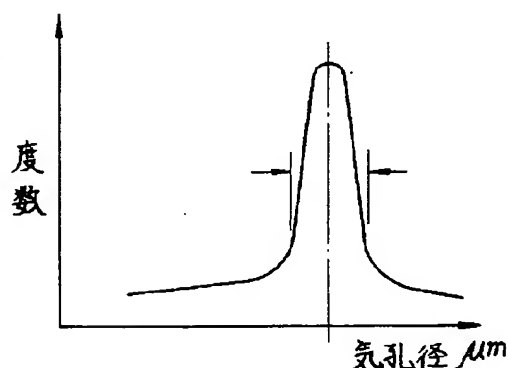
【図面の簡単な説明】

【図1】 $\beta$ 型多結晶炭化珪素とそれよりも大きな平均粒径の粉末との混合状態を示す説明図である。

【図2】実施例1における焼結体の気孔径分布状態を示すグラフである。

【図3】実施例2における焼結体の気孔径分布状態を示すグラフである。

【図2】



(4)

特開平5-139861

【図3】

